

[Login or Create Free Account](#)Search [Go to Advanced Search](#)[Home](#) | [Search Patents](#) | [Data Services](#) | [Help](#)

Title:

LIQUID CHROMATOGRAPHY

Document Type and Number:

Japanese Patent JP02248857

Kind Code:

A

Link to this page:

<http://www.freepatentsonline.com/JP02248857.html>

Abstract:

PURPOSE: To enable stable feeding of a liquid with the suppression of the generation of bubbles by providing a temperature control mechanism between a reservoir and a liquid feed pump to maintain a mobile phase at a fixed value lower than the room temperature.

CONSTITUTION: A mobile-phase solvent 4 is housed in a reservoir 2. A temperature control mechanism 6 is provided at a part near an inlet check valve of a pump 8 in a passage between the reservoir and a pump. A column 12 is connected to a passage linked to an outlet of the pump 8 via a sample injector 10. The column 12 is kept at a fixed temperature with a column oven range 14. A detector 16 is connected to an outlet of the column 12. With such an arrangement, the mechanism 6 controls a mobile phase 4 to be kept at a fixed temperature lower than the room temperature. This keeps a solubility of air higher than that at the room temperature in the mobile phase 4 sucked into the pump 8 thereby reducing the generation of bubbles at the pump 8 or even immediately before suction with the pump.

COPYRIGHT: (C)1990,JPOJapio

JP02248857

Publication Title:

No title available

Abstract:

Abstract not available for JP02248857

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

Courtesy of <http://v3.espacenet.com>

⑫ 公開特許公報(A) 平2-248857

⑤ Int. Cl.⁹

識別記号

庁内整理番号

④ 公開 平成2年(1990)10月4日

G 01 N 30/30
B 01 D 15/087621-2G
6953-4D

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全3頁)

⑥ 発明の名称 液体クロマトグラフ

⑦ 特 願 平1-70966

⑧ 出 願 平1(1989)3月22日

⑨ 発 明 者 中 本 晃 京都府京都市中京区西ノ京桑原町1番地 株式会社島津製作所三条工場内

⑩ 出 願 人 株式会社島津製作所 京都府京都市中京区西ノ京桑原町1番地

⑪ 代 理 人 弁理士 野口 繁雄

明 細 書

1. 発明の名称

液体クロマトグラフ

2. 特許請求の範囲

(1) 移動相を収容するリザーバ、移動相を送液するポンプ、試料注入器、カラム及び検出器を流路に沿ってこの順に備えた液体クロマトグラフにおいて、リザーバと送液ポンプの間に移動相を室温より低い一定温度に保つ温度制御機構を設けたことを特徴とする液体クロマトグラフ。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は液体クロマトグラフに関し、特に高速液体クロマトグラフに関するものである。

(従来技術)

液体クロマトグラフは移動相を収容するリザーバ、移動相を送液するポンプ、試料注入器、カラム及び検出器を流路に沿ってこの順に備えている。

移動相としての溶媒には空気(O₂やN₂)が溶存している。溶存した空気は周囲温度の変化、ポ

ンプ内の流路の面の粗さ、流路抵抗などによって気泡として発生しやすく、これがポンプの送液の不安定さの原因となりやすいことから、気泡の発生を防止するために移動相の脱気が行なわれている。

高速液体クロマトグラフに用いられる送液ポンプは常に一定の体積流量で送液するようになっているが、周囲温度が変化しリザーバ中の移動相の温度が変化すると、一定の体積流量で送液していても移動相としての密度が変化するため、分析の再現性が悪くなる。これを防止するため、ポンプヘッドまたはリザーバを室温よりも高い一定温度に保つことが行なわれている。

(発明が解決しようとする課題)

移動相を使用前に予め脱気しておいても、リザーバ内で時間とともに空気が再溶解してくるので、長時間の分析を行なうことができず、分析の時間が限られる。

リザーバ、ポンプヘッド又はポンプ入口前の移動相の加熱は低沸点の溶媒には適用できない。ま

た、温度を上げるために、ポンプに入る前又はポンプ内でかえって気泡が発生しやすくなり、リザーバ中の移動相の脱気を常に行なっていなければならない。

本発明は、ポンプ内又はポンプに吸入される直前での気泡の発生を抑えて安定した送液を行なうことのできる液体クロマトグラフを提供することを目的とするものである。

(課題を解決するための手段)

本発明ではリザーバと送液ポンプの間に移動相を室温より低い一定温度に保つ温度制御機構を設ける。

(作用)

ポンプに吸入される移動相が常に室温より低い温度に保たれるため、ポンプに吸入される移動相は空気の溶解度が室温状態よりも高い状態にあり、ポンプ内又はポンプ吸入直前でも気泡が発生することが少なくなる。

(実施例)

第1図は一実施例を表わす。

ミニウム製などの金属ブロック20中に埋め込まれている。埋め込まれたパイプ18の容積は、送液ポンプ8の流量によって適当に設定すればよいが、最もよく使用される0.01~10ml/分の範囲の通常のポンプに対しては、3ml程度の容積があれば十分である。より具体的には、例えば外形3mm、内径2mmで、長さが1m程度のものである。

金属ブロック20の一面にはサーモモジュールと称されている電子冷凍素子22の一面が密着している。電子冷凍素子22の他の面には放熱用のラジエータ24が取り付けられている。電子冷凍素子22は流れる電流の方向によって冷却用又は加熱用に用いることができるが、この場合、金属ブロック20と接触している面が冷却面となるように電流が流される。金属ブロック20の表面のうち、電子冷凍素子22が接触している面以外の面は断熱材26で被われている。

金属ブロック20には白金抵抗体やサーミスタなどの感熱体28が埋め込まれている。30は温

度コントローラであり、移動相溶媒4が収容されている。8は移動相を送液するポンプである。リザーバ2とポンプ8の間の流路で、ポンプ8の入口チェック弁に近い部分に温度制御機構6が設けられている。ポンプ8の出口につながる流路には、試料注入器10を経てカラム12が接続されている。カラム12はカラムオープン14によって一定温度に保たれる。カラム12の出口には検出器16が接続され、検出器16を経た液はドレインへ排出されるようになっている。

第2図は第1図における温度制御機構6を具体的に示したものである。

リザーバ2からポンプ8までの流路は、取扱いやすさの面からポリ四フッ化エチレン製のチューブが用いられている。温度制御機構6が設けられる部分の流路(a, bの区間)には金属パイプ18が用いられている。金属パイプ18は、耐食性があり、熱伝導度のよい材質のものであり、例えばステンレス製又はチタン製などのパイプが好ましい。金属パイプ18は螺旋状に巻かれ、アル

度コントローラであり、感熱体28からの温度検出信号を入力し、金属ブロック20の温度が設定された温度になるように、電子冷凍素子22に流す電流を制御して温度調節を行なう。

使用される周囲温度にもよるが、例えば金属ブロック20の温度を10℃に設定しておけば、室温が10~35℃程度の範囲内の温度であれば、ポンプ8に吸入される移動相の温度を常に10℃に保つことができる。

接続点a, bにおける金属パイプ18と流路のポリ四フッ化エチレンとの接続方法はよく知られている。

本実施例において、例えば周囲温度を20℃とし、温度コントローラ30による設定温度を10℃とする。移動相4はリザーバ2内では20℃であるが、ポンプ8に吸入される時点では温度制御機構6によって10℃に下げられている。ポンプ8では一定温度10℃における一定体積流量で送液され、かつ、空気の溶解度が室温での溶解度よりも高められた状態で送液されていく。ポンプ8

から送り出された移動相には、試料注入器10で試料が注入されてカラム12へ導かれ、カラムオープン14によってカラム温度に保たれて試料が分離され、検出器16で検出される。

(発明の効果)

本発明ではリザーバと送液ポンプの間に移動相を室温より低い一定温度に保つ温度制御機構を設けたので、ポンプに吸入される移動相における空気の溶解度が大きくなり、ポンプ中で移動相中の溶存空気が気泡となって発生することが少なくなる。

ポンプに吸入される移動相が一定温度であるため、周囲温度の変化に起因する質量流量の変化を防止できる。

本発明においてもリザーバ中の溶媒の脱気をすることは好ましいことではあるが、移動相を脱気するには別に脱気のための装置が必要であり、高価となる。本発明では低い温度で移動相を制御するため、特に脱気をしなくてもすむようになる。また、長時間にわたっても気泡の発生が抑えられ

るので、長時間にわたる分析が可能になる。

4. 図面の簡単な説明

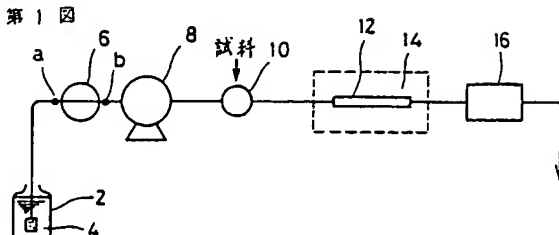
第1図は一実施例を示す流路図、第2図は同実施例における温度制御機構を示す断面図である。

2……リザーバ、4……移動相、6……温度制御機構、8……送液ポンプ、10……試料注入器、12……カラム、16……検出器、18……金属パイプ、20……金属ブロック、22……電子冷却素子、28……感熱体。

特許出願人 株式会社島津製作所

代理人 弁理士 野口繁雄

第1図



第2図

